

**Über die Bildung dünner Kohleschichten
in einer in Benzolatmosphäre brennenden
Glimmentladung**

mit einem Anhang über

**Eine Anwendung des Tolanskyverfahrens zur Messung
von Schichten mit sich ändernder Dicke**

Inaugural-Dissertation

zur Erlangung

der Doktorwürde der Hohen Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Ludwig-Maximilians-Universität zu München

vorgelegt von

Arnold Heisen aus Berlin

Mai 1957

Berichterstatter: Prof. Dr. W. Rollwagen

Tag der mündlichen Prüfung: 31. Juli 1957

Über die Bildung dünner Kohleschichten in einer in Benzolatmosphäre brennenden Glimmentladung

Von Arnold Heisen

Mit 10 Abbildungen

Inhaltsübersicht

Es wird die Bildungsgeschwindigkeit von Schichten, die auf den Elektroden und auf kleinen Objekten in der Glimmentladung entstehen, durch Dickenmessung verfolgt. Hieraus ergeben sich Anhaltspunkte für den Entstehungsmechanismus dieser Schichten. Die Schichtbildung ist nahezu unabhängig davon, ob sich das Objekt im negativen Glimmlicht oder im Kathodenfallraum der Entladung befindet. Auch durch Veränderung des elektrischen Potentials läßt sich die Schichtbildung nur wenig beeinflussen. Hieraus folgt, daß die verschiedentlich geäußerte Vermutung, die Schichten bildeten sich vorwiegend aus Kohlenwasserstoffbruchstücken des Gasraumes, nicht zutreffen kann. Auf Grund der hier mitgeteilten Versuche nehmen wir an, daß die schichtbildenden Bruchstücke nicht im Gasraum, sondern unmittelbar auf den Objektoberflächen entstehen. Auffallende energiereiche Teilchen spalten adsorbierte Benzolmoleküle und wandeln sie zur festen Schicht um. Mittels einer Druckstufenapparatur können solche schichterzeugenden Teilchen nachgewiesen werden.

§ 1. Einleitung

Für die Präparationstechnik in der Elektronenmikroskopie hat die Erzeugung von Kohleschichten in der Glimmentladung zunehmende Bedeutung erlangt. In Dicken bis zu 1000 Å werden diese Schichten als Objektträgerfolien und im Umhüllungs- und Abdruckverfahren angewandt¹⁾. Um elektronenmikroskopische Aufnahmen von Abdruckfilmen einwandfrei deuten zu können, muß man den Entstehungsmechanismus dieser Filme kennen. Wegen der bekanntlich sehr komplexen Glimmentladungsvorgänge ist man über Vermutungen hinsichtlich des Bildungsmechanismus der Kohleschichten noch nicht hinaus gekommen. Es lassen sich mehrere Mechanismen angeben, die zur Bildung der aus Kohlenwasserstoffpolymerisaten aufgebauten Schichten führen können. Es müssen also experimentelle Kriterien gewonnen werden, mit denen sich entscheiden läßt, welcher Mechanismus bei der Bekohlung die Hauptrolle spielt. Die folgende Untersuchung soll hierzu einen Beitrag liefern.

¹⁾ H. König, *Ergebn. exakt. Naturwiss.* XXVII, 188 (1953).

§ 2. Die Schichtbildungsmechanismen

In der Literatur finden sich nur wenig Anhaltspunkte. H. König und G. Helwig²⁾ sprechen von einer Zerschlagung der im Gasraum „schwebenden“ Kohlenwasserstoffmoleküle durch Ionen und Elektronen. Sie zählen die große Zahl der durch Abbau und Aufbau entstehenden Molekülbruchstücke auf und weisen auf die Rekombinationsfähigkeit dieser Radikale hin. Den Vorgang der Bekohlung nennen sie „Bestäuben“ oder „Kondensation“. F. Grasenik und R. Haefer³⁾ haben dafür, daß die mikroskopischen Objekte von allen Seiten so gleichmäßig mit einer Schicht umgeben werden, unter anderem die Erklärung, daß durch Zusammenstoß der Radikale im Gasraum solche Polymerisationsprodukte entstehen, die einen kleinen Dampfdruck haben und auf den Objekten kondensieren.

Nach diesen Äußerungen sind also für die Schichtbildung vorwiegend im Gasraum entstandene Molekülbruchstücke verantwortlich. Diese könnten sich sowohl auf den Objektoberflächen als auch im Gasraum zu schichtbildenden Polymerisationsprodukten zusammenschließen. Zur Beurteilung, ob diese Vorstellungen zutreffen können, ergeben sich nun folgende Kriterien.

Die Zahl der sich zusammenschließenden Molekülbruchstücke hängt wesentlich von deren Konzentration im Gasraum ab. Es ist anzunehmen, daß sich innerhalb einer Glimmentladung entsprechend der sehr unterschiedlichen Ladungsträger-Konzentration auch erhebliche Änderungen der Molekülbruchstück-Konzentration ausbilden. Werden also in der Glimmentladung kleine Objekte bekohlt, dann müßte die Stärke der Schichtbildung davon abhängen, ob sich die Objekte in einem Gebiet hoher oder in einem Gebiet niedriger Molekülbruchstück-Konzentration befinden. Insbesondere müßte auch die Dicke der sich auf den verschiedenen Objektflächen bildenden Schichten von der Orientierung dieser Flächen zu den Gebieten unterschied-

licher Molekülbruchstück-Konzentration abhängig sein. Ob speziell eine schichtbildende Wirkung von geladenen Molekülbruchstücken, also Plasmaionen, die mit thermischer Geschwindigkeit auffallen, ausgeht, kann an Objekten mit leitender Oberfläche, die gegen das Raumpotential mit kleinen Vorspannungen versehen werden, untersucht werden. Wie aus der Sondentheorie⁴⁾ bekannt ist, kann hierdurch in einem Glimmlichtplasma die Zahl der auffallenden Ionen um Größenordnungen geändert werden.

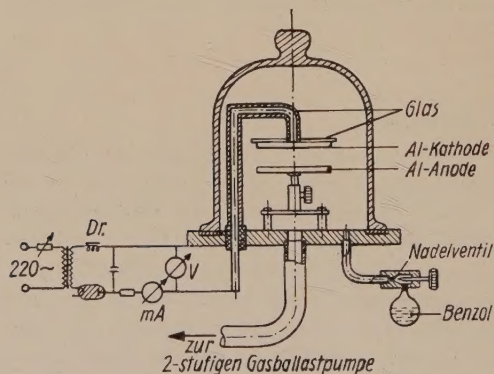


Abb. 1. Bekohlungsapparatur nach H. König

Die von uns untersuchten Schichten entstehen im kathodenseitigen Teil der Glimmentladung. Abb. 1 zeigt schematisch eine Anordnung, in der die

²⁾ H. König u. G. Helwig, Z. Physik **129**, 491 (1951) dort weitere Literatur.

³⁾ F. Grasenik u. R. Haefer, Mh. Chem. **83**, 1069 (1952).

⁴⁾ z. B. A. v. Engel u. M. Steenbeck, Elektr. Gasentladungen II, Berlin 1934.

rumpfloze, von der Gefäßwänden nicht beeinflusste Entladung brennt. Der Druck (etwa $1,5 \cdot 10^{-1}$ Torr) ist so gewählt, daß die untere Elektrode bereits weit in das negative Glimmlicht eintaucht und der Glimmsaum etwa 10 mm über ihr steht. Kleinere auf dem Anodenteller liegende Objekte befinden sich also ganz im hochionisierten und quasi-neutralen Plasma des negativen Glimmlichtes⁵⁾. Sondenmessungen in diesem Entladungs-Gebiet ergaben eine Ladungsträgerkonzentration von etwa 10^{10} cm^{-3} ⁶⁾. Da diese Konzentration eine entsprechend hohe Zahl von Rekombinations- und Neuerzeugungsprozessen von Ionen⁷⁾ bedingt, ist sicher anzunehmen, daß auf Grund dieser starken Wechselwirkung von Ladungsträgern mit dem Neutralgas auch die Molekülbruchstück-Konzentration ein Maximum hat.

Im Kathodendunkelraum, also „über“ dem bei der Benzolgasentladung scharf ausgeprägten Glimmsaum herrschen ganz andere Verhältnisse: Der Kathodenfall hat praktisch die Größe der Brennspannung von etwa 1000 Volt. Durch entsprechend hohe Feldstärken beschleunigt, haben die Ladungsträger eine solche Geschwindigkeit, daß ihre Wechselwirkung mit dem Neutralgas sehr viel geringer als im negativen Glimmlicht ist⁸⁾.

Es zeigte sich nun, daß die Schichten, die auf kleinen Objekten im Kathodendunkelraum entstehen, sich in Dicke und Dickenverlauf nicht merklich von den Schichten unterscheiden, die im negativen Glimmlicht entstehen; daher kann nicht angenommen werden, daß Molekülbruchstücke des Gasraumes einen wesentlichen Anteil an der Schichtbildung haben. Wenn aber die zur Schichtentstehung notwendigen Molekülbruchstücke auf den Objektflächen erzeugt werden, dann lassen sich alle auftretenden Erscheinungen zwanglos deuten. Dazu muß man annehmen, daß auf den Oberflächen adsorbierte Benzolmoleküle durch den Aufprall von energiereichen ($E_G \gg E_{\text{thermisch}}$) in der Glimmentladung entstehenden Teilchen, von „Geschossen“ gespalten und zu einer festen Schicht umgewandelt werden⁹⁾.

Arbeiten wir mit dieser Vorstellung, so kommen anodenseitig als schicht-erzeugende Geschosse im Kathodenfallraum beschleunigte Elektronen und negative Ionen in Betracht. Es ist bekannt, daß in der vorliegenden Entladungsform an der Kathode durch Ionenaufprall (γ -Prozesse) zahlreiche Elektronen entstehen⁸⁾¹²⁾, die durch anfänglich hohe Feldstärken¹³⁾¹⁴⁾ rasch beschleunigt werden. Negative Ionen können sich in geringerer Anzahl im Gasraum bilden¹⁵⁾ und, wenn ihr Entstehungsort in Kathodennähe liegt, ebenfalls größere Energie aufnehmen. Im folgenden können in einer Druck-

⁵⁾ R. Seeliger, Z. Physik **115**, 111 (1940).

⁶⁾ A. Heisen, Diplomarbeit Univ. München 1954.

⁷⁾ H. Fischer, Ann. Physik **27**, 81 (1936).

⁸⁾ A. Güntherschulze u. W. Bär, Z. Physik **107**, 730 (1937).

⁹⁾ Einen ähnlichen Mechanismus macht R. Haefel für die Bildung der Kohleschichten in einer Hochvakuumentladung verantwortlich¹⁰⁾. Nach G. Möllenstedt ist auch die Kohleschichtentstehung durch Materieteilchenbeschuß im öldampfverseuchten Vakuum nur auf ähnliche Weise zu erklären¹¹⁾.

¹⁰⁾ R. Haefel, Acta phys. austr. **9** (1954).

¹¹⁾ G. Möllenstedt, Diskussionsbemerkungen Physikertag. Heidelberg (1957).

¹²⁾ H. Fischer, Naturwiss. **27**, 838 (1939).

¹³⁾ J. Wilhelm, Ann. Physik **17**, 225 (1956).

¹⁴⁾ R. Warren, Physic. Rev. **98**, 1651 (1955); **98**, 1658 (1955).

¹⁵⁾ L. B. Loeb, Formation of Neg. Ions. Handb. Phys. XXI (1956).

stufenapparatur beide Anteile nachgewiesen und ihre schichtbildenden Wirkungen getrennt verfolgt werden.

Für die kathodenseitige Schichtbildung können die positiven Ionen verantwortlich gemacht werden, die an der Kathode die Elektronen auslösen. Sie entstehen in überwiegendem Maße im Plasma des negativen Glimmlichtes¹⁶⁾, gelangen durch Diffusion ins beschleunigende Feld des Kathodenfallraumes, wo sie ihre Energie erlangen. Wie gezeigt wird, lassen sich auch mittels dieser Geschosse außerhalb der Glimmentladung Kohleschichten erzeugen.

Der Vollständigkeit halber muß erwähnt werden, daß die Ionengeschosse vor ihrem Aufprall durch Umladung ihre Ladung verlieren können. Haben diese Neutralteilchen genügend Energie, dann können auch sie zur Schicht-erzeugung beitragen¹¹⁾.

§ 3. Die Schichtbildungserscheinungen

a) Schichten auf den Elektroden

Brennt in der in Abb. 1 gezeigten Apparatur die Entladung in der angegebenen Art, dann wachsen die Schichten auf beiden Elektroden gleichmäßig, jedoch mit unterschiedlicher Geschwindigkeit. Die Schicht auf der Kathode bildet sich wesentlich rascher als die Anodenschicht. Meist beginnt sie nach einer Glimmdauer von einigen Minuten unter heftigen Szintillationserscheinungen abzublätern. Ihre Bildungsgeschwindigkeit beträgt etwa $40\text{--}50 \text{ \AA} \cdot \text{sec}^{-1}$. Sie wurde mit Hilfe von dünnen Glasplättchen bestimmt, die auf der Kathodenfläche befestigt wurden. Da sich diese jedoch beim Einschalten der Entladung durch Ionenaufprall sofort stark positiv (bis 1000 Volt) aufluden und nahezu unbekohlt blieben, wurde auf diese eine dickere Al-Schicht aufgedampft und leitend mit der Kathode verbunden. Hierdurch erhielten sie Kathodenpotential und auch annähernd die gleiche Oberflächenbeschaffenheit wie die Al-Kathode. Die Dickenbestimmung erfolgte nach dem Ablösen der Schichten mit Hilfe des bekannten Tolansky-Verfahrens¹⁷⁾.

Im Gegensatz zur Kathodenschicht bildet sich die anodenseitige Schicht auf einem mit Al bedampften und einem unbedampften Glasplättchen nahezu in gleicher Dicke aus (feinere Unterschiede s. § 4). Bei genauer Konstanthaltung der Entladungsbedingungen sind die Schichten in ihrer Dicke gut reproduzierbar. Hierzu ist eine Reinigung der Apparatur nach jeder Bekohlung und längeres Spülen mit Benzoldampf erforderlich. Bis zum Einsetzen des Abblätterns der Schicht an der Kathode wachsen die anodenseitigen Schichten proportional zur Glimmzeit mit einer Geschwindigkeit von etwa $8,7 \text{ \AA} \cdot \text{sec}^{-1} \pm 5\%$.

Der Befund, daß an der Kathode befestigte Glasplättchen sich aufladen können, weist auf eine geringe Dichte langsamer Ladungsträger, die eine hohe Aufladung verhindern würden (kein Plasma!), in diesem Gebiet hin. Durch die Aufladung wird die Zahl und die Energie der auffallenden positiven Ionen verringert. Da gleichzeitig ein Rückgang der Schichtbildung auftritt, liegt die Vermutung nahe, daß diese Ionen die Kathodenschicht hervorrufen.

¹⁶⁾ H. Fischer, Naturwiss. **29**, 27 (1941).

¹⁷⁾ S. Tolansky, Multiple-Beam-Interferometry, Oxford 1948, und A. Heisen, Z. Instrumentenkte. **66**, 87 (1958).

Ferner ist es auffällig, daß die Schicht auf der Anode, obwohl sich diese im Plasma des negativen Glimmlichts befindet, langsamer als die auf der Kathode wächst.

b) Schichten auf kleinen Objekten

Liegen auf dem Anodenteller kleine Glasstückchen, so haben die Schichten, die sich auf diesen Objekten bilden, nicht auf allen Flächen die gleiche Dicke. An ausgedehnten Objekten mit Flächen größer als 1 mm^2 ändert sich die Schichtdicke auch innerhalb der Flächen. Die Schichten haben einen charakteristischen Dickenverlauf, der den Anschein erweckt, als seien die Objekte von Teilchen „bestäubt“ worden, die von der Kathode her kommen. An einigen Objektanordnungen, die jeweils 2–3 Minuten auf dem Anodenteller bekohlt wurden, sei diese Schichtbildung erläutert. Der Dickenverlauf der Schichten wurde teils auf den Objekten, teils nach dem Ablösen der Schichten mit Verfahren bestimmt, die aus dem Tolansky-Verfahren entwickelt wurden und gesondert veröffentlicht worden sind¹⁷⁾.

Abb. 2a zeigt den Querschnitt durch ein maßstäblich vergrößert gezeichnetes etwa 1 cm^2 großes und 2 mm dickes Glasplättchen. Die Schichtdicken sind von der Oberfläche aus in Å-Einheiten aufgetragen. An einem 5 mm hohen, aufrechtstehenden Glasstreifen (Abb. 2b) ist der an den Seiten auftretende

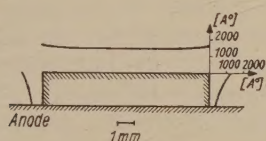


Abb. 2a

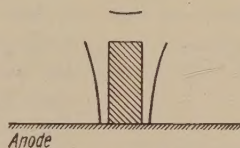


Abb. 2b

Bekohlung von Glasplättchen auf der Anode

Schichtdickenabfall besonders gut zu erkennen. Die Beispiele in Abb. 3a und 3b zeigen, daß die Bekohlung auch unter Objektüberschneidungen heruntreift. An einem Glasstreifen (Breite 10 mm), der unter einem Winkel

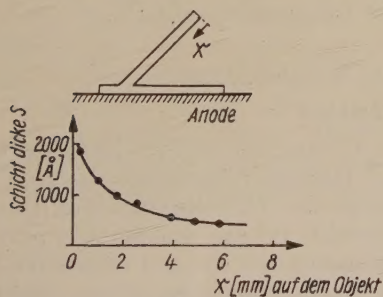


Abb. 3a

Bekohlung von Glasobjektaufbauten auf der Anode

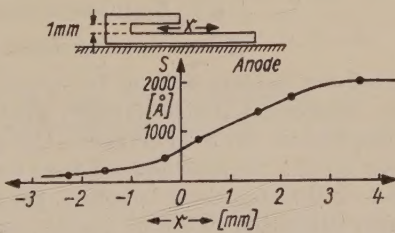


Abb. 3b

von 45° aufgestellt wird (Abb. 3a), bildet sich auf der Innenseite eine Schicht, wie sie aus der Darstellung unter dem Objekt zu entnehmen ist. Am oberen Rand hat die Schicht ihre größte Dicke. Wird eine Objektplatte von einer

1 mm starken Glasplatte mit einem Zwischenraum von etwa 1 mm abgedeckt (Abb. 3b), so ist auch unter der Abdeckplatte noch eine Schicht nachweisbar. Andererseits übt die Abdeckplatte aber auch eine so starke „Schattenwirkung“ aus, daß erst in etwa 3 mm Abstand von der Überschneidungsgrenze die volle, ungestörte Schichtdicke erreicht wird. An einem längeren, etwa 10 mm breiten und 2 mm dicken Glasstreifen, der von der Seite her so in das negative Glimmlicht hineinragt, daß sich seine obere Fläche noch unter dem Glimmsaum befindet (~ 8 mm über der Anode), bildet sich ringsherum eine Kohleschicht. Abb. 4 gibt einen Querschnitt wieder, der im Abstand von 5 mm vom vorderen freien Rand aufgenommen wurde.

Bei Objekten mit größerer Ausdehnung, deren Oberkanten mindestens bis dicht unter den Glimmsaum reichen, ist zu beobachten, daß auf dem Anodenteller unter und neben den Objekten ebenso wie auch über den Objekten auf der Kathode der Objektform entsprechende schattenähnliche Schichtdickenrückgänge auftreten.

Diese Dickenverminderung ist ebenso wie die Schichtbildungserscheinung auf den Objekten nur schwer damit zu erklären, daß im Gasraum entstandene Molekülbruchstücke die Schicht verursachen, es sei denn, man könnte zeigen,

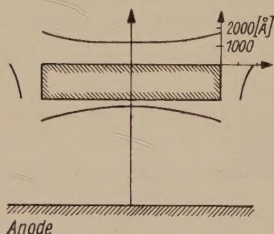


Abb. 4. Bekohlung eines in das negative Glimmlicht ragenden Glasstreifens

daß entlang den Objektflächen ausgeprägte Konzentrationsänderungen der Molekülbruchstücke auftreten. Wird dagegen angenommen, daß die Objekte mit „Geschossen“, die von der Kathode her kommen, gleichsam bestäubt werden, so können die Schattenwirkungen durch eine Vorzugsrichtung dieser Geschosse erklärt werden. Die Schichtrückgänge auf den von der Kathode abgewandten Seiten sind dann darauf zurückzuführen, daß die Intensität der vielfach-gestreuten Geschosse an den Seiten nach unten und auf den Unterseiten zur Mitte hin abnimmt. Der Schichtrückgang

auf der oberen Fläche des in Abb. 4 gezeigten Objektes ist im Gegensatz zu den anderen Erscheinungen von der Höhe des Glasstreifens über der Anode abhängig; eine Deutung wird im folgenden Paragraphen erfolgen.

§ 4. Beeinflußbarkeit der Schichtbildung

a) Lageabhängigkeit

Daß die Schichtbildung im negativen Glimmlicht und im Kathodenfallraum annähernd gleich erfolgt, geht aus folgenden Versuchen hervor. Es wurden kleine, etwa 1 cm^2 große Glasplättchen auf Glasrohrstückchen (Durchmesser 6 mm) verschiedener Länge aufgebracht, auf den Anodenteller gestellt und 2–3 Minuten lang bekohlt. Die Dicken der sich auf den Oberseiten bildenden Schichten wurden jeweils an mehreren Stellen gemessen, gemittelt und auf die Dicke der Schicht bezogen, die sich auf einem auf der Anode liegenden Glasplättchen bildete. In Abb. 5 sind diese relativen Schichtdicken gegen die Höhe der Fläche über der Anode aufgetragen. Mit der in der Darstellung strichliert angedeuteten Grenze des Glimmlichtplasmas ist also für die Schichtdicken kein unstetiger Übergang verbunden. Da im Gegensatz zur Dichteänderung der Molekülbruchstücke beim Übergang zum Kathoden-

fallraum kein scharfer Intensitätswechsel der von der Kathode her kommenden Geschosse auftritt, kann daraus geschlossen werden, daß die Schichten vorwiegend durch diese Geschosse hervorgerufen werden.

Daß in Kathodennähe die relative Schichtdicke plötzlich stark abnimmt, hat die gleiche Ursache wie der bereits bei Abb. 4 auftretende Schichtdickenrückgang zur Flächenmitte hin. Mit größerer Kathodennähe wird dieser Rückgang so stark, daß die über die Fläche gemittelten Schichtdickenwerte schließlich abfallen.

Der Grund für diese Schichtdickenrückgänge ist darin zu suchen, daß durch die Objekte das negative Glimmlicht und damit die „Emission“ von positiven Ionen in den Kathodenfallraum beeinträchtigt wird. Da diese Ionen an der Kathode die Geschosse auslösen, geht mit abnehmender Ionenzahl auch die Schichtdicke zurück. Erwartungsgemäß nimmt diese Beeinträchtigung mit größerer Kathodennähe zu. Die erwähnte Schattenbildung an der Kathode sehen wir als Beweis für die Richtigkeit dieser Erklärung an.

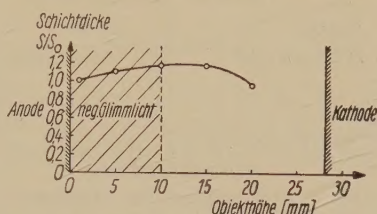


Abb. 5. Abhängigkeit der Schichtbildung von der Höhe der Objekte über der Anode

Daß — von den Schichtrückgängen auf den Oberflächen abgesehen — an den Seiten und Unterseiten der Objekte im Kathodenfallraum die Schichtbildung in gleicher Weise wie im negativen Glimmlicht erfolgt, zeigt Abb. 6. Der in Abb. 4 gezeigte Glasstreifen wurde diesmal so bekohlt, daß sich seine obere Fläche 15 mm über der Anode befand. Da beide Schichtdicken auf Schichten bezogen sind, die sich in Anodenhöhe bilden, lassen sich die Schichtdickenverläufe miteinander vergleichen. Bis auf die erwähnten Unterschiede auf der oberen Seite sind die Dickenverläufe nahezu gleich.

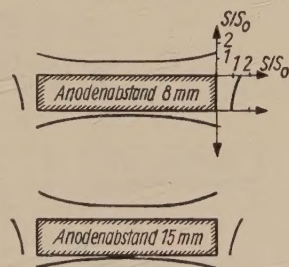


Abb. 6. Schichtbildung an einem Glasstreifen in Abhängigkeit von seiner Höhe über der Anode

Dieses Ergebnis zeigt, wie gering die Mitwirkung im Gasraum gebildeter Molekülbruchstücke an der Schichtbildung ist. Wenn nämlich diese Molekülbruchstücke vom negativen Glimmlicht, als dem Gebiet höherer Konzentration in den Kathodenfallraum diffundieren würden, dann müßten sich dort auf den Seiten und den Unterseiten des Glasstreifens gänzlich veränderte Schichtdickenverläufe ergeben.

b) Potentialabhängigkeit

Die Potentialabhängigkeit der Schichtbildung wurde mit Hilfe kleiner Glasplättchen mit Al-Schicht bestimmt, an denen über isolierte Zuleitungen kleine gegen Anode positive und negative Vorspannungen lagen. Während der Bekohlung befanden sich diese Plättchen auf der Anode, also im Plasma des negativen Glimmlichtes. Die Dicke der entstehenden Schichten wurde jeweils auf die Dicke der Schichten bezogen, die auf einem Plättchen mit Null-Potential entstanden. Abb. 7 zeigt in der Umgebung des Plasmapotential-

tials¹⁸⁾ $V_S = V_P \pm 10$ V nur geringe Schichtdickenschwankungen, deren Größe sich am Rande der Meßgenauigkeit bewegt. Obwohl also im Gebiet des positiven Sättigungsstromes $V_S < V_P$ nur positive Molekülbruchstücke, bei

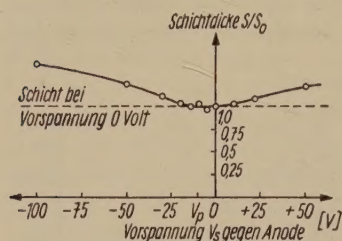


Abb. 7. Abhängigkeit der Schichtbildung vom elektr. Potential der Objekte

Plasmapotential positive und negative Molekülbruchstücke und im Gebiet des negativen Sättigungsstromes $V_S > V_P$ nur negative Molekülbruchstücke einfallen können, ändern sich die Schichten weder in ihrer Dicke noch sind an den Schichten sonstige Unterschiede zu erkennen. Selbst im Gebiet so hoher Ladungsträgerdichte wie im negativen Glimmlicht kann daher der Einfluß geladener Molekülbruchstücke auf die Schichtbildung nur gering sein.

Im Gegensatz zu diesen Ladungsträgern mit thermischer Geschwindigkeit werden die auffallenden Geschosse weder in ihrer Zahl noch in ihrer Energie merklich beeinflusst. Wie in § 5 gezeigt wird, haben sie nämlich Energien in Kathodenfallhöhe von etwa 1000 eV; eine durch sie hervorgerufene Schichtbildung erfährt also keine Änderung.

Die bei höheren Vorspannungen beobachtete Schichtdickenzunahme muß auf „thermische“ Ladungsträger zurückgeführt werden, die im Feld der Raumladungsschicht genügend Energie aufnehmen können, um als zusätzliche Geschosse schichtbildende Zerstörungen zu bewirken¹⁹⁾.

Auch an dem in das Glimmlicht ragenden Streifen (Abb. 4) bilden sich die Schichten unabhängig von einer Vorspannung in gleicher Stärke aus: In

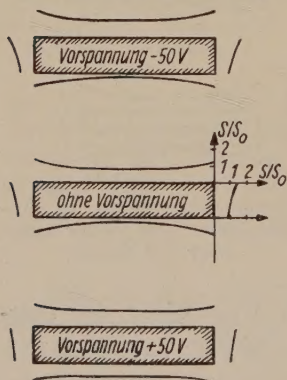


Abb. 8. Schichtbildung an einem Glasstreifen in Abhängigkeit von seinem elektrischen Potential

Abb. 8 sind zwei Objekte dargestellt, an deren leitenden Oberflächen während der Bekohlung +50 bzw. -50 V lagen. Ein Vergleich mit der Schichtbildung auf dem mittleren Objekt ohne Vorspannung zeigt, daß nur bei dem Objekt mit positiver Vorspannung auf der unteren Seite eine gleichmäßige Schicht auftritt. Infolge der höheren positiven Vorspannung war bei der Bekohlung unter dem Objekt eine helle Glimmerscheinung zu beobachten, aus der mit erheblicher Stromdichte negative Plasmaladungsträger angesaugt wurden. Da deren Energie groß genug ist, können sie für die zusätzliche Schicht verantwortlich gemacht werden.

Eine weitere Möglichkeit, die Schichtbildung zu beeinflussen, kann hier nur angedeutet werden: Durch eine Heizung läßt sich die Tempe-

¹⁸⁾ Die Lage des Plasmapotentials V_P wurde in bekannter Weise aus der Sondenstromcharakteristik bestimmt⁴⁾.

¹⁹⁾ Für die Dissoziation und Ionisation von Benzolmolekülen sind maximal 10 eV erforderlich²⁰⁾.

²⁰⁾ Phys.-Chem. Tabellen Landolt-Börnstein I 2 I (1951), I 3 II (1951); H. Neuert, *Ergebn. exakt. Naturwiss.* XXIX, 1 (1956).

ratur der Objekte bis auf 300°C steigern, ohne daß hierdurch die Glimmentladung beeinflußt wird. Mit zunehmender Temperatur nehmen die Schichtdicken stark ab und betragen bei 180°C nur noch 40% der Schichtdicken ohne Heizung. Da mit zunehmender Temperatur die Belegungsdichte adsorbierter Benzolmoleküle abnimmt, steht dieser Befund im Einklang mit der Vorstellung, daß adsorbierte Benzolmoleküle umgewandelt werden.

§ 5. Nachweis der Geschosse

Mit der in Abb. 9 dargestellten Druckstufenapparat können die in der Glimmentladung entstehenden Geschosse und ihre schichtbildende Wirkung dadurch nachgewiesen werden, daß mit ihnen außerhalb der Entladung Kohleschichten erzeugt werden:

Im oberen Raum brennt die bisher angewandte Glimmentladung unter den gleichen Bedingungen. Bei einem Benzolgasdruck von $1,5 \cdot 10^{-1}$ Torr steht auch hier der Glimmsaum des negativen Glimmlichtes 10 mm über der Anode. Auf die untere Elektrode auffallende Geschosse können durch eine nach unten konisch erweiterte Durchbohrung in einen Raum gelangen, in dem sich mittels einer Kühlfalle und einer Quecksilberdiffusionspumpe bei brennender Entladung ein Druck von einigen 10^{-4} Torr aufrechterhalten läßt. Die Geschosse fallen dort auf einen heizbaren Auffänger, auf dem sie adsorbierte, aus dem Glimmentladungsraum in den Hochvakuumraum gelangende Benzolmoleküle spalten und zur Kohleschicht umwandeln können. Der Auffänger ist mit kleinen Deckgläschen (Dicke 0,16 mm) belegt. Um den Auffängerstrom messen zu können, tragen sie auf ihrer Oberseite eine Al-Schicht. Zwischen Elektrodenöffnung und Auffänger kann ein kleiner Permanentmagnet angebracht werden, der Elektronen mit einer Energie von etwa 1200 eV gerade rechtwinklig auf einen seitlich angeordneten Auffänger ablenkt.

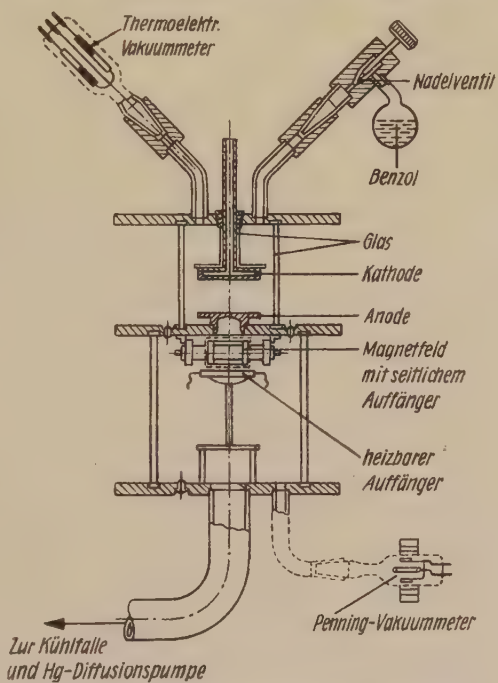


Abb. 9. Druckstufenapparatur zum Nachweis der Geschosse

a) Negative Geschosse

Brennt die Entladung mit der in Abb. 9 angegebenen Polung, dann bildet sich auf dem — vorerst ungeheizten — Auffänger nach einer Versuchsdauer von etwa 2 Stunden eine kreisförmig zur Mitte hin ansteigende Schicht, die

in ihrem Maximum eine Dicke von etwa $4000 \text{ \AA}$ hat. Ihr Dickenverlauf geht aus der noch zu besprechenden Abb. 10 hervor. Die Schicht ist leicht ablösbar und hat das gleiche Aussehen wie die in der Glimmentladung entstehenden Schichten.

Der Auffängerstrom beträgt etwa $0,5\text{--}1 \mu\text{A}$. Er ist von den Glimmentladungsbedingungen abhängig. Variiert man z. B. den Druck im Entladungsraum, so hat der Strom gerade bei den angegebenen Bedingungen ein Maximum. Er nimmt bei niedrigerem Druck ab, weil die gesamte Stromdichte der Entladung abnimmt; (das negative Glimmlicht verschwindet in der Anode). Mit steigendem Druck laufen die Geschosse, deren Energie entsprechend der Entladungsspannung kleiner wird, im länger werdenden negativen Glimmlicht zunehmend aus.

Brennt die Entladung über eine längere Zeit, dann steigt der Auffängerstrom an. Die sich auf der Anode bildende dickere Schicht bewirkt an der Durchbohrung kleinere Potentialdifferenzen, die so gerichtet sind, daß Plasmaelektronen durch die Öffnung angesaugt werden und auf den Auffänger gelangen. Es konnte gezeigt werden, daß diese energiearmen Elektronen keine merkliche Schicht erzeugen.

Um festzustellen, ob nur die Primärelektronen für diese Schichtbildung verantwortlich sind, wurde das Magnetfeld eingebaut. Es bildet sich nach einer längeren Brenndauer (etwa 4 Stunden) nicht nur auf dem seitlichen Auffänger, sondern auch auf dem unteren Auffänger eine Schicht, die nahezu rund ist und eine maximale Dicke von etwa $2000 \text{ \AA}$ hat. Ihre Dickenabnahme nach außen hin ist stärker als die bei der Schicht ohne Magnetfeld (Abb. 10). Diese Schicht kann nur von Teilchen hervorgerufen sein, die im Kathodenfallraum auf eine hinreichende Energie beschleunigt werden, also von negativen Ionen oder auch neutralen Teilchen, die durch Umladung aus negativen Ionen entstanden sind und ebenfalls Schichten erzeugen können¹¹⁾. Da die Schichten kaum merklich von der Rotationssymmetrie abweichen, muß die Energie der negativen Ionen größer als 100 eV sein. Tatsächlich treten in Entladungen der vorliegenden Form Ionen dieser Energie auf²¹⁾.

Der Strom auf dem unteren Auffänger beträgt $0,05 \mu\text{A}$. Obwohl also die Stromdichte negativer Ionen mindestens eine Größenordnung kleiner als die der Elektronen ist, kommt es noch zu einer merklichen Schichtbildung.

Bringt man an Stelle des seitlichen Auffängers einen Leuchtschirm an, so läßt sich die Lage der auftreffenden Elektronen und damit ihre Geschwindigkeit bestimmen. Hierzu wurde das System: Magnetfeld-Leuchtschirm mit einem homogenen Kathodenstrahl bekannter Geschwindigkeit geeicht. Die Mehrzahl der auftreffenden Elektronen hat eine Energie, die, nach oben hin scharf begrenzt, annähernd der Höhe der Brennspannung entspricht. Die Verluste der Elektronen im Kathodenfallraum sind also sehr gering (vgl. auch ²²⁾).

b) Positive Geschosse

Betreibt man die Entladung mit umgekehrter Polung, so fallen durch die Öffnung positive Ionen auf den Auffänger. Bei nahezu den gleichen Entladungsbedingungen beträgt der Auffängerstrom etwa $0,3 \mu\text{A}$. Er ist auch bei längerer Entladungsdauer konstant (kein Plasma vor der Kathode!). Die sich hier bildenden Schichten erreichen bereits nach kurzer Zeit (30 Minuten) beträchtliche Dicken. Ihr Anstieg zum Zentrum hin ist wesentlich stärker als der bei den durch negative Geschosse gebildeten Schichten (Abb. 10). Bei vergleichbarer Stromdichte und Energie erzeugen also die positiven Ionen

²¹⁾ O. Tüxen, Z. Physik **103**, 463 (1936).

²²⁾ F. Gordon, The Glow Discharge at Low Pressure Handb. Phys. XXII (1956).

in kürzerer Zeit als die Elektronen Schichten gleicher Dicke. Selbst wenn man berücksichtigt, daß zu den positiven Ionen noch durch Umladung entstandene neutrale Geschosse hinzukommen, wird man sagen können, daß Ionen wirksamere Schichtbildner als Elektronen sind. Nach unserer Vorstellung ist daraus zu schließen, daß Ionen einen größeren Wechselwirkungsquerschnitt mit den absorbierten Gasmolekülen als die Elektronen haben. So erklärt sich auch der Befund, daß in der Glimmentladung die Schichtbildung auf der Kathode viel stärker als die auf der Anode ist.

Wiederholt man die Versuche in a) und b) mit geheiztem Auffänger (Temperatur etwa $+180^{\circ}\text{C}$), dann bleibt bei den Versuchen mit negativen Geschossen die Schichtbildung fast vollständig aus. Bei den Versuchen mit positiven Geschossen dagegen entsteht nach längerer Beschußdauer (4 Stunden) immer noch eine ablösbare Schicht.

Da die in Abb. 10 aufgetragenen Schichtdickenverläufe nahezu bei den gleichen Entladungsbedingungen erhalten wurden, lassen sich vergleichende qualitative Aussagen über die Richtungsverteilung der Geschosse gewinnen:

Die positiven Geschosse treffen mit der geringsten Streuung auf die Kathode auf. Tatsächlich ist der Feldverlauf vor der Kathode¹³⁾¹⁴⁾ so, daß sie ihre größte Geschwindigkeit erst unmittelbar vor der Kathode erlangen. Hieraus folgt, daß die kathodenseitige Bekohlung, von der notwendigen Leitfähigkeit der Objekte abgesehen, auch für eine allseitige Umhüllung von Objekten nicht günstig ist. Die Streuung der negativen Ionen ist wesentlich stärker. Tatsächlich können sie nur in einem Teil des Kathodenfallraumes Energie

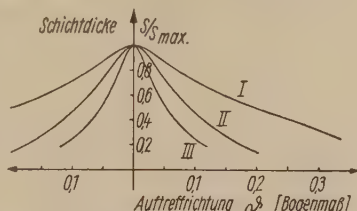


Abb. 10. Schichtdickenverläufe von Auffängerschichten.

I. neg. Geschosse ohne Magnetfeld,
II. neg. Geschosse mit Magnetfeld,
III. pos. Geschosse

aufnehmen und sie erleiden vor ihrem Aufprall auf die Anodenplatte im feldfreien Gasraum stärkere Wechselwirkungen. Für den Dickenverlauf der von den negativen Geschossen gebildeten Schicht sind hauptsächlich die Elektronen verantwortlich. Da sie am stärksten gestreut werden, scheinen sie die allseitige Umhüllung der mikroskopischen Objekte zu gewährleisten.

Es sei erwähnt, daß nach einer experimentellen Prüfung der notwendigen Voraussetzungen aus dem Dickenverlauf der Auffängerschichten die Schichtdicken auf beliebig orientierten mikroskopischen Objektflächen in der Glimmentladung berechnet werden können²³⁾. Erst hierdurch wird eine exakte Auswertung elektronenmikroskopischer Kohleabdruckbilder möglich.

§ 6. Quantitative Betrachtungen

Es wurde versucht, durch größenordnungsmäßige Abschätzungen ein Kriterium für die in § 2 ausgeführten Bekohlungsmechanismen zu erhalten: Aus der anodenseitig gemessenen Schichtbildungsgeschwindigkeit $d_S = 8,7 \text{ \AA} \cdot \text{sec}^{-1}$ und der Dichte der Schichten $\rho_S = 1,4 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3,2}$) läßt sich nämlich eine

²³⁾ A. Heisen, Diss. (Original) Univ. München 1957.

minimal notwendige Teilchenzahl angeben, die zur Schichtbildung auf die Objektflächen auftreten oder dort erzeugt werden muß.

$$Z_S = \frac{L \cdot \varrho_s}{M_s} \cdot d_S \approx 2 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2} \cdot \text{sec}^{-1}.$$

L = Loschmidsche Zahl, $M_s = 39$, ist ein mittleres Molekulargewicht dieser Teilchen, dessen Größe sich aus den Arbeiten von Eisenhut und Conrad²⁴⁾ ermitteln läßt.

Da weder die Konzentrationen noch die Rekombinationskoeffizienten der vorliegenden Molekülbruchstücke bekannt sind, ist nur schwer abzuschätzen, wieviel schichtbildende Teilchen im Gasraum entstehen. Allgemein überwiegt bei Entladungen der vorliegenden Form die Oberflächenrekombination. Diese nun läßt sich für die ermittelte Konzentration geladener Molekülbruchstücke⁶⁾ berechnen: Bei $V_s = V_P$ fallen nach der Beziehung $z_{\pm} = n_{\pm} \sqrt{\frac{R T_{\pm}}{2 \pi M_{\pm}}}$ maximal $2 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2} \cdot \text{sec}^{-1}$ Ionen auf die Oberflächen auf, ein für das negative Glimmlicht gültiger Wert, der selbst dort immer noch eine Größenordnung unter dem erforderlichen Wert liegt.

Etwas genauer läßt sich von den Geschossen die Zahl der zur Verfügung stehenden Primärelektronen berechnen. Wenn γ die Zahl der pro positivem Ion an der Kathode ausgelösten Elektronen und $j_k = 1 \cdot 10^{-4} \cdot \text{A cm}^{-2}$ die kathodenseitige Stromdichte ist, dann ist die Zahl der an der Kathode ausgelösten Elektronen:

$$Z_e = \frac{\gamma}{1 + \gamma} \cdot \frac{j_k}{e} \text{ cm}^{-2} \cdot \text{sec}^{-1}.$$

Da diese Elektronen in Kathodennähe schnell beschleunigt werden^{13) 14)}, durchfallen sie den Kathodenfallraum mit nur geringen Verlusten⁸⁾. Da bei einem Druck von $p = 1,5 \cdot 10^{-1} \text{ Torr}$ und einer Temperatur von 300° K etwa $5 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-2} \cdot \text{sec}^{-1}$ Benzolmoleküle auf die Objektflächen auffallen und die Einstellung des Gleichgewichtes bei der ungehemmten (physikalischen) Adsorption sehr schnell erfolgt²⁵⁾, kann ein zur Schicht umgewandeltes Benzolmolekül unmittelbar durch ein neues ersetzt werden.

Es ist ersichtlich, daß ein Elektron mehr als einen Spaltakt bewirken muß. Auch an der Kathode kann die stärkere Schichtbildung in ganz analoger Weise nur dadurch erklärt werden, daß ein Ion sehr viele Benzolmoleküle umwandelt. Energetisch ist diese Forderung zu erfüllen. Hier, wie auch bei der Kohleschichtbildung im Hochvakuum, bereitet es aber Schwierigkeiten, sich den Mechanismus des Spaltaktes an den bekanntlich sehr dünnen Adsorptionsschichten vorzustellen. Aussagen hierüber lassen sich vielleicht dadurch gewinnen, daß Kohleschichten mit Ionen bzw. Elektronen gegebener Dichte und Energie auf Objekten bestimmter Temperatur in Gasräumen

²⁴⁾ O. Eisenhut u. R. Conrad, Z. Elektrochem. **36**, 654 (1930); R. Conrad, Trans. Faraday Soc. **30**, 215 (1934).

²⁵⁾ A. Eucken, Lehrb. Chem. Phys., Leipzig 1944.

definierten Kohlenwasserstoffgasdruckes erzeugt werden. Derartige Versuche sollen im Anschluß an diese Arbeit durchgeführt werden.

Ich möchte auch an dieser Stelle meinem verehrten Lehrer, Herrn Prof. Dr. W. Rollwagen, für die Anregung und ständige Unterstützung dieser Arbeit recht herzlich danken.

München, II. Physikalisches Institut der Universität.

Bei der Redaktion eingegangen am 15. Januar 1958.



Arnold Heisen, München

DK 531.717.11

Eine Anwendung des Tolanskyverfahrens zur Messung von Schichten mit sich ändernder Dicke

(Mitteilung aus dem II. Physikalischen Institut der Universität München)

Die Dickenmessung erfolgt mit „Vielstrahlinterferenzen gleicher Dicke“ an Stufen, die in den Schichten parallel und senkrecht zur Richtung der Dickenänderung erzeugt werden.

The thickness is measured by "multiple beam fringes of equal thickness" on steps parallel and normal to the direction of increasing thickness.

On mesure l'épaisseur de lame mince à l'aide des interférences multiples utilisant des gradins parallèles et perpendiculaires à la direction d'agrandissement de l'épaisseur de la lame.

Einleitung

In einer an anderer Stelle veröffentlichten Arbeit [2] ergab sich die Notwendigkeit, an dünnen, nur schwach absorbierenden Kohleschichten¹⁾ genauere Dicken- und Dickenverlaufsbestimmungen vorzunehmen. Als einfachstes und genauestes Verfahren läßt sich hierzu das auf G. Quinke [3] und O. Wiener [4] zurückgehende Verfahren anwenden, das von S. Tolansky zur Beobachtung von Kristalloberflächen herangezogen und in seiner Monographie ausführlich beschrieben wurde [1]. Die sich zwischen zwei schwach keilförmig angeordneten Planplatten ausbildenden Interferenzen gleicher Dicke erfahren eine Versetzung, wenn sich auf der einen Platte eine Schicht mit einer stufenförmigen Begrenzung befindet. Laufen die Interferenzlinien senkrecht zur Stufe, dann läßt sich bei bekannter Wellenlänge des verwandten Lichtes aus der Größe dieser Versetzung die Dicke der Schicht bestimmen. Durch eine halbdurchlässige Versilberung [5] kann die Schärfe der (Vielstrahl-)Interferenzen und damit die Genauigkeit der Auswertung erhöht werden. Haben die Schichten keine konstante Dicke, dann ändert sich entlang der Stufen die Ver-

setzung der Interferenzlinien. Die Stärke dieser Änderung ist ein unmittelbares Maß für den Dickenverlauf der Schichten.

Weisen die Schichten nur Dickenänderungen in einer Richtung auf, dann können in der Schicht mehrere stufenförmige Unterbrechungen mit jeweils konstanter Höhe angeordnet werden. Ferner ist es möglich, die Schichten in Stücken abzulösen, wieder aufzufischen und ihre Dicke entlang den Kanten zu vermessen. Es ergeben sich also für die Präparation der Schichten und entsprechend für die Beobachtung und Auswertung mehrere Methoden, die im folgenden mit einigen Beispielen kurz beschrieben werden sollen.

Die Apparatur

Da es sich um durchsichtige Schichten handelt, die auf planen Glasplatten präpariert werden können, wird, wie Bild 1 zeigt, im (parallelen) Durchlicht gearbeitet. Mit Hilfe einer Quecksilberlampe L und eines Kondensors K wird eine Irisblende B ausgeleuchtet, die entsprechend den von Tolansky angegebenen Bedingungen [1] bis zur maximalen Schärfe der Linien zugezogen wird. Das durch die Kollimatorlinse C erzeugte Parallelstrahlbündel durchläuft ein herausnehmbares Filter F

¹⁾ Das sind Schichten, die durch Einwirkung von Ionen oder Elektronen auf Kohlenwasserstoffmoleküle entstehen.

und ruft zwischen der Referenzplatte P und der Schichtträgerplatte O die Interferenzen hervor, die sich mit einem Mikroskop M beobachten und mit Hilfe eines Photoaufsatzes auf Platten festhalten lassen. Die Filter sind so gewählt, daß entweder mit der blauen Linie $\lambda_b = 4358,3 \text{ \AA}$ oder mit der grünen Linie $\lambda_g = 5460,7 \text{ \AA}$

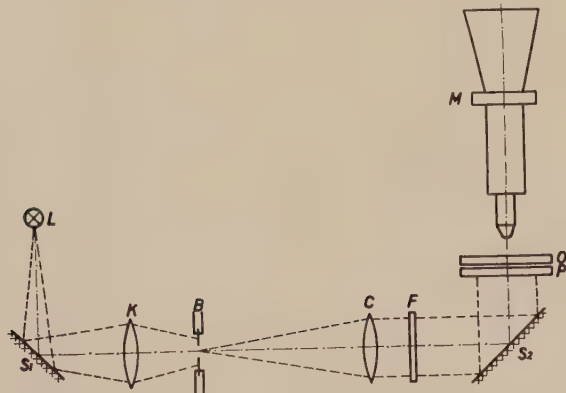


Bild 1. Anordnung zur Dickenmessung dünner Schichten

des Quecksilberspektrums gearbeitet werden kann. Durch drei Justierschraubchen kann die Neigung der Trägerplatte gegen die untere Platte und damit der Abstand und die Richtung der Interferenzlinien beliebig eingestellt werden. Zur Ausmessung kleiner Objektbereiche haben sich mikroskopische Objektträgergläser als hinreichend plan erwiesen.

Schichten konstanter Dicke

Die Schichten werden am besten so präpariert (siehe unten), daß sie eine längere stufenförmige Unterbrechung aufweisen. Die Interferenzlinien zeigen dann eine Versetzung, wie sie das Beispiel Bild 2 zeigt.

Die Dicke der Schicht ergibt sich aus Bild 3 a, in dem ein schematischer Schnitt durch Referenz- und Trägerplatte dargestellt ist. Da der Neigungswinkel α sehr klein ($\alpha < 10^{-3} \text{ rad}$) ist, wird nach den Dreiecksbeziehungen:

$$d \approx d_I' = \frac{\lambda}{2} \frac{b_I}{a_I} = d_{II}' = \frac{\lambda}{2} \frac{b_{II}}{a_{II}}$$

Bei gut planer Trägerplatte sind also sowohl die Abstände als auch die Versetzungen konstant. Da die hier verwandten Objektgläser nicht ideal optisch plan sind, tritt, wie in Bild 2 zu erkennen ist, eine Krümmung bzw.



Bild 2. Tolansky-Aufnahme einer Schicht mit stufenförmiger Unterbrechung

eine Änderung der Linienabstände auf. Ist diese Änderung im Verhältnis zu den Linienabständen klein, so kann der dadurch auftretende Fehler in der Dickenbestimmung vernachlässigt werden. Bei konstanter Schichtdicke ist, wie Bild 3 b zeigt, ein Ausgleich dieses Fehlers dadurch möglich, daß die mit dem Wertepaar I

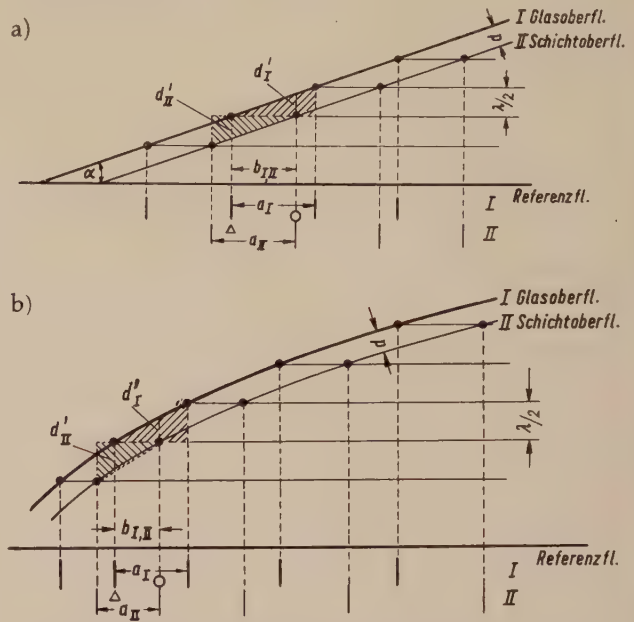


Bild 3. Schematischer Schnitt durch Referenz- und Schichtträgerplatte
a) Glasoberfläche plan, Schichtdicke konstant
b) Glasoberfläche gekrümmt, Schichtdicke konstant

und die mit dem Wertepaar II errechneten Dickenwerte gemittelt werden, da sich in einem Falle ein zu kleiner und im anderen Falle ein zu großer Wert ergibt.

Bei Schichtdicken, die größer als $\lambda/4$ sind, tritt die Schwierigkeit auf, die zueinandergehörigen Interferenzlinien zu finden. Diese Zuordnung ergibt sich durch eine Beobachtung des Objektes ohne Farbfilter. Entsprechend der Zahl der Quecksilberlinien bilden sich nämlich mehrere Interferenzstreifensysteme aus, die sich wegen der unterschiedlichen Wellenlänge der Linien entlang den Stufen ständig gegeneinander verschieben. Aus der Gleichheit charakteristischer Linienanordnungen auf beiden Seiten der Versetzung ergibt sich dann die Zuordnung der Linien, die man sich für die Auswertung merken muß. Sie ist in Bild 2 und in den folgenden Aufnahmen aus den nachträglich gestrichelten Linien zu sehen.

Die Ausmessung der Linienabstände und der Versetzungen kann mit einem Schnellphotometer oder einfacher mit einem Maßstab erfolgen.

Die Genauigkeit der Dickenbestimmung ist, von den Schwankungen der Schicht- und der Trägerplatte abgesehen, nur durch die Lokalisierbarkeit der Linienmaxima bestimmt. Bei Aufnahmen wie Bild 2 lassen sich die Maxima routinemäßig auf ein $1/100$ des Linienabstandes lokalisieren. Für Schichtdicken von 0–5000 $\text{\AA}$ ergibt sich hieraus nach dem Fehlerfortpflanzungsgesetz eine Dickenmeßgenauigkeit von $\Delta d = 20\text{--}50 \text{ \AA}$.

Schichten mit sich ändernder Dicke

Schichtstufensenkrecht zur Richtung der Dickenänderung

Am nächstliegenden ist es, die Schicht jeweils an den Stellen, an denen ihre Dicke bestimmt werden soll, mit

Stufen zu versehen. Dieses Verfahren läßt sich aber nur bei Schichten anwenden, deren Dicke sich mit genügender Breite nur in einer Richtung und dort nicht mehr als 500 Å/mm ändert. Da dann die Schichtstufen konstante Höhe haben, sind für einen Meßpunkt mehrere Dickenbestimmungen möglich, was zu einer höheren Meßgenauigkeit führt. Eine Schichtausparung ergibt jeweils zwei Meßpunkte.

Befindet sich die Schicht auf einer planen Glasplatte, so können die Stufen z. B. durch Wegschaben der Schicht erzeugt werden. Ist es wie bei den fest auf der Unterlage haftenden Kohleschichten nicht möglich, die Schicht in einer Breite von einigen 1/10 mm gleichmäßig zu entfernen, dann muß schon beim Erzeugungsprozeß an diesen Stellen die Schichtbildung verhindert werden. Dies kann nach einem bekannten Verfahren [6] dadurch geschehen, daß das zu bedampfende Objekt mit feinen Uhuleimfäden überzogen wird, die nach dem Aufbringen der Schicht, jedoch vor dem Aufdampfen der halbdurchlässigen Silberschicht wieder abgezogen werden.

Der in Bild 4b dargestellte Schichtdickenverlauf ist in dieser Weise vermessen worden. Bild 4a gibt die Tolansky-Aufnahme wieder, aus der die Meßpunkte bestimmt wurden. Die Schichtausparungen sind durch Sterne (*) markiert. Der durchgehende Strich ist nachträglich in die Silberschicht eingeritzt worden und gibt die Überschneidungsgrenze eines Glasplättchens an, das auf die Schichtbildung eine Schattenwirkung ausübte (vgl. [2]). Von links nach rechts nimmt die Schichtdicke und entsprechend die Größe der Linienversetzungen zu.

Um von dem Ort auf der Photoplatte auf den Objektort, an dem die Schichtdicke gemessen wurde, zurückschließen zu können, muß die Vergrößerung der Aufnahmeoptik bestimmt und ein Nullpunkt festgelegt werden.

An die Leimfäden, mit denen die Objekte überzogen werden, sind häufig besondere Anforderungen zu stellen. So durften sie z. B. hier die Schichtbildung nicht durch Schattenbildung stören. Sie mußten also dünn genug sein und sich eng an die Unterlage anschmiegen. Dies wurde dadurch erreicht, daß die mit feinsten Fäden überzogenen Objekte kurze Zeit einer Acetonatmosphäre ausgesetzt wurden, in der die Fäden weich wurden, etwas auseinanderliefen und sich mit den Rändern eng an die Unterlage anschmiegen.

Sind die Objekte nicht dergestalt, daß die Schichten unmittelbar auf ihnen vermessen werden können, dann müssen die Schichten abgelöst und auf eine plane Glasplatte aufgefischt werden. Durch diesen Prozeß darf sich jedoch die Schicht weder in ihrer Dicke noch in ihrer Längsausdehnung ändern. An Schichten, die auf doppelte Weise, einmal vor und einmal nach dem Ablösen vermessen wurden, konnte gezeigt werden, daß die hier verwandten Kohleschichten so stabil sind, daß sie ihre Form genau beibehalten. Ferner muß man sich die Lage

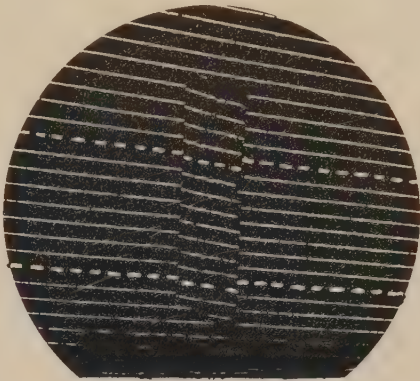


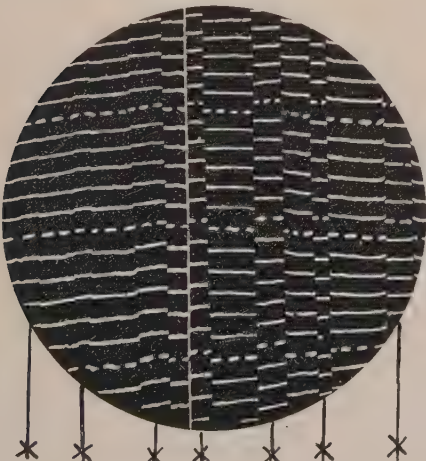
Bild 5. Tolansky-Aufnahme eines Schichtstückchens mit eindimensionaler Dickenänderung

der abgelösten Schichtstücke auf dem ursprünglichen Objekt merken. Eine Orientierung kann meistens leicht durch Interferenzfarben, Kratzspuren oder ähnliches gewonnen werden.

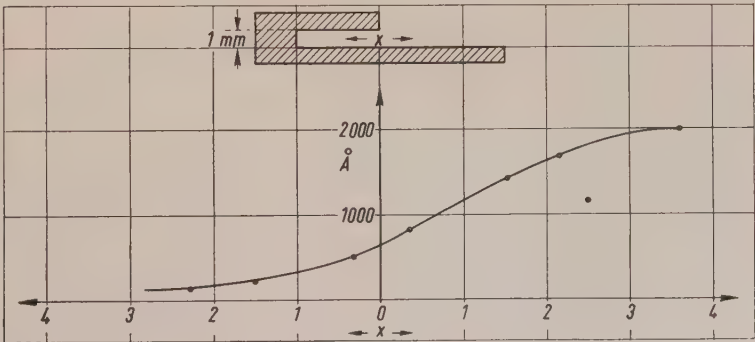
Bild 5 zeigt die Aufnahme einer abgelösten Kohleschicht, die sich am Rande eines Glasplättchens bildete. Ihre Dickenabnahme vom oberen zum unteren Rand kann aus der Änderung der Linienversetzungen sehr genau bestimmt werden.

Schichtstufen in Richtung der Dickenänderung

Bei den bisher beschriebenen Verfahren ist der Meßpunktabstand durch die Breite und den Abstand der Leimfäden gegeben. Dieser läßt sich nicht beliebig klein machen. Geht man dagegen so vor, in der Schicht eine Stufe zu erzeugen, die in Richtung der Dickenänderung



a) Tolansky-Aufnahme



b) Dickenverlauf

Bild 4. Schicht mit eindimensionaler Dickenänderung

läuft, so ist eine nahezu kontinuierliche Bestimmung des Schichtdickenverlaufes möglich. Da die Interferenzlinien senkrecht zur Schichtstufe stehen, ändert sich entlang dieser Stufe die Versetzung der Linien. Bild 7 a zeigt in einem Beispiel, wie von unten nach oben die Linienversetzung und damit die Schichtdicke zunimmt. Es lassen sich nun entlang der Schichtstufe Linie für Linie die Abstände und die Größen der Versetzung ausmessen und daraus die zugehörige Schichtdicke bestimmen. Hierbei treten jedoch zwei Schwierigkeiten auf: einerseits muß der Ort der jeweiligen Dickenbestimmung festgelegt

zu- bzw. abnehmende Schicht dargestellt ist. Für diesen Sonderfall nimmt auch die Versetzung der Interferenzlinien gleichmäßig zu bzw. ab. Die Schichtdicken ergeben sich hier wie in Bild 3 a aus den Dreiecksbeziehungen:

$$d_I' = \frac{\lambda}{2} \frac{b_I}{a_I} \quad \text{oder} \quad d_{II}' = \frac{\lambda}{2} \frac{b_{II}}{a_{II}}.$$

Wählt man das Wertepaar mit dem Index I, dann ist, wie aus der Zeichnung zu erkennen ist, der Ort der Schichtdickenbestimmung durch die Lage der mit dem Kreis $\bigcirc$ gekennzeichneten Interferenzlinie gegeben; beim Wertepaar mit dem Index II dagegen liegt der Bestimmungsort an der mit dem Dreieck $\triangle$ bezeichneten Stelle. Bild 6 b zeigt, daß für den Normalfall einer ungleich zu- bzw. abnehmenden Schicht nur noch das Wertepaar I den richtigen Schichtdickenwert ergibt. Das Wertepaar II würde je nachdem, ob die Schichtänderung mit negativer oder mit positiver Krümmung erfolgt, einen zu großen bzw. einen zu kleinen Dickenwert ergeben. Es muß also der Wert der Linienversetzung $b_{I, II}$ stets auf den konstanten Linienabstand a_I bezogen werden. Der Ort der Schichtdickenbestimmung ist dann an der durch den Kreis markierten Stelle, also durch die jeweilige Lage der versetzten Interferenzlinie gegeben, deren Versetzung je nach Schichtdicke bis zu mehreren Linienabständen groß sein kann.

Für diese Art der Dickenbestimmung, die nicht mehr auf Schichten mit vorwiegend eindimensionaler Dickenänderung beschränkt ist, seien zwei Beispiele gegeben: Es wurden die Querschnitte von konzentrisch zur Mitte hin anwachsenden Schichten bestimmt. Diese wurden aufgeschnitten, von der Unterlage abgelöst und wieder aufgefischt. So konnte an den Schichtstückchen der Dickenverlauf mehrmals vermessen werden. Die in Bild 7 a wiedergegebene Tolansky-Aufnahme eines solchen Stückchens ist in Bild 7 b ausgewertet worden ($\times$). An einer zweiten Schnittkante wurde der Dickenverlauf — diesmal über das Maximum hinweg — erneut bestimmt und so in Bild 7 b eingetragen, daß die Maxima beider Bestimmungen zur Deckung kamen. Aus der geringen Streuung der Meßpunkte ist zu sehen, daß auch dann eine genaue Verlaufsbestimmung möglich ist, wenn für jeden Meßpunkt nur ein Wertepaar zur Verfügung steht. Daß dieses Verfahren besonders für Schichten mit starker Dickenänderung geeignet ist, zeigen die Bilder 8 a und 8 b. Die durch positive Ionen erzeugte Schicht, die im Maximum eine Dicke von 4500 Å hat, absorbiert das

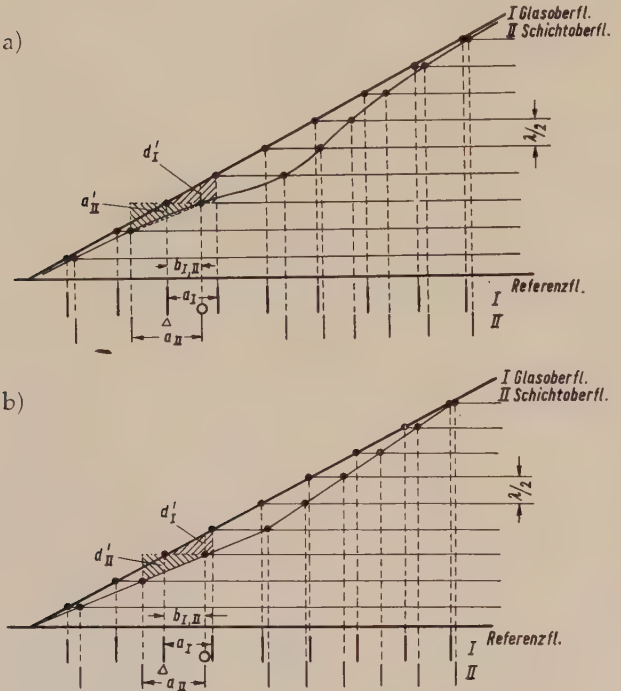
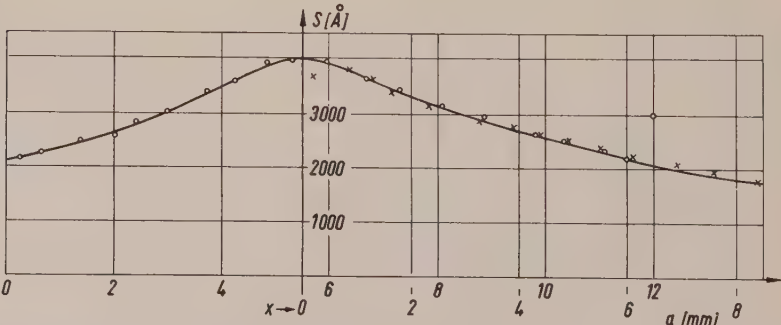


Bild 6. Schematischer Schnitt durch Referenz- und Schichtträgerplatte
a) Glasoberfläche plan, Schichtdicke gleichmäßig zu- und abnehmend
b) Glasoberfläche plan, Schichtdicke ungleichmäßig zu- und abnehmend

werden und andererseits muß entschieden werden, welche Wertepaare a, b aufeinander zu beziehen sind. Insbesondere bei Schichten mit stärkerer Dickenänderung — etwa 1000 Å/mm — kann nur so der richtige Dickenverlauf angegeben werden. Wie der Ort der Schichtdickenbestimmung festgelegt werden kann, zeigt Bild 6 a, in der eine gleichmäßig



a) Tolansky-Aufnahme

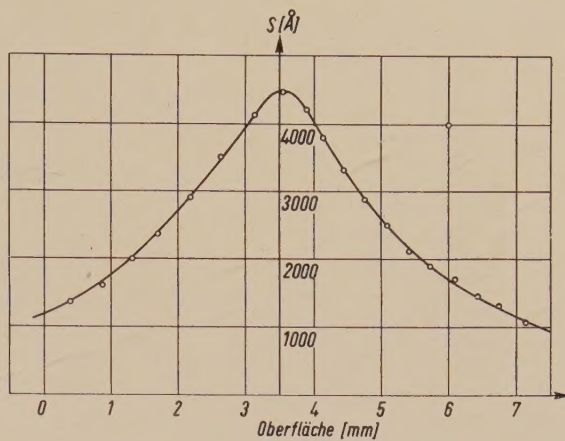


b) Dickenverlauf

Bild 7. Schicht mit schwacher Dickenänderung



a) Tolansky-Aufnahme



b) Dickenverlauf

Bild 8. Schicht mit starker Dickenänderung

hindurchgehende Licht bereits so sehr, daß trotz starker Überbelichtung die Interferenzlinien im Maximum nur schwach (auf der Originalplatte sehr viel besser) erkennbar sind. Trotz dieser Intensitätsunterschiede kann die Auswertung noch sehr genau erfolgen. Man beachte die starke Änderung der Versetzung der Interferenzlinien (vgl. Bild 6 b) und die dadurch bedingte unterschiedliche Dichte der Meßpunkte auf beiden Seiten des Maximums.

Zum Schluß sei als eine Anwendung dieser Dickenverlaufsbestimmung ein Verfahren angedeutet, mit dem in einfacher Weise der Brechungsindex von dünnen, schwach absorbierenden Schichten bestimmt werden kann. Werden solche Schichten — wie hier die Kohleschichten — z. B. durch Aufdampfen keilförmig präpariert, so läßt sich nach der zuletzt angegebenen Methode ihr Dickenverlauf genau bestimmen. Erzeugt man nun in der Schicht Interferenzen gleicher Dicke und ordnet den Linienmaxima die jeweilige Schichtdicke zu, so ergibt sich in bekannter Weise aus der Dickendifferenz Δd zwischen zwei Linien der Brechungsindex n der Schicht:

$$\Delta d = \frac{\lambda}{2n}.$$

Durch geeignete Versilberung können auch diese Interferenzen in der Schicht schärfer gemacht und dadurch eine hohe Auswertegenauigkeit erzielt werden. Eingehendere Untersuchungen über dieses Verfahren sind zur Zeit im Gange.

Abschließend möchte ich meinem verehrten Lehrer Herrn Prof. Dr. W. Rollwagen meinen herzlichen Dank sagen,

der als Institutsvorstand auch das Zustandekommen dieser Untersuchung großzügig unterstützte.

Zusammenfassung

Der Dickenverlauf von Schichten mit sich ändernder Dicke läßt sich nach dem bekannten Tolansky-Verfahren [1] immer dann bestimmen, wenn sich die Schichten auf einer planen Unterlage befinden und die zu vermessen Stellen von stufenförmigen Unterbrechungen begrenzt sind. Die Stufen können entweder senkrecht oder in Richtung der Dickenänderung angeordnet werden. Während im ersten Fall nur wenige, durch die Stufenabstände bedingte Meßpunkte zur Verfügung stehen, ist im zweiten Fall eine nahezu kontinuierliche Dickenverlaufsbestimmung möglich. Bei schwach absorbierenden Schichten kann durch einen Vergleich des Dickenverlaufs mit den Interferenzen, die sich in der Schicht ausbilden, deren Brechungsindex bestimmt werden.

Schrifttum

- [1] S. Tolansky: Multiple-Beam-Interferometry. Oxford Univ. Press (1948).
- [2] A. Heisen: Ann. d. Phys. (z. Z. im Druck).
- [3] G. Quinke: Pogg. Ann. **129** (1866), S. 177.
- [4] O. Wiener: Wied. Ann. **31** (1887), S. 629.
- [5] R. W. Wood: Phil. Mag. **7** (1904), S. 376.
- [6] H. Burkhardt und H. Moser: Optik **9** (1952), S. 163.

(Eingang: 18. 1. 1958)

Lebenslauf

Am 15. April 1929 wurde ich, *Arnold* Heinrich Jürgen Heisen, als Sohn des Physikers und jetzigen Senatspräsidenten im Deutschen Patentamt Dr. Georg Heisen und seiner Ehefrau Hedwig geb. Bruno, geboren. Meine Kindheit und Jugend verbrachte ich in meinem Geburtsort Berlin. Nach 4-jähriger Grundschule kam ich 1939 auf das humanistische Schillergymnasium, von dem ich 1947 das Zeugnis der Reife erhielt. Mit einer einjährigen Praktikantenzeit im Heinrich-Hertz-Institut überbrückte ich die Wartezeit bis zur Aufnahme meines Studiums an der Freien Universität Berlin. Zum Wintersemester 1948/49 schrieb ich mich mit dem Hauptfach Philosophie ein und wechselte nach Eröffnung der naturwissenschaftlichen Fakultät zur Physik über. Nach der Übersiedelung unserer Familie nach München setzte ich im Wintersemester 1950/51 mein Studium an der Ludwig-Maximilians-Universität in München fort, an der ich 1951 die Diplomvorprüfung mit „gut“ und 1954 die Diplomhauptprüfung mit „sehr gut“ bestand. Im Herbst 1952 begann ich im II. Physikalischen Institut der Universität wissenschaftlich zu arbeiten und wurde dort ab November 1955 mit der Verwaltung einer wissenschaftlichen Assistentenstelle betraut. Im Oktober 1956 heiratete ich Brigitte Fels, die Tochter des o. Prof. an der Freien Universität Berlin Dr. Edwin Fels.

